

PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE  
Bureau international



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : A23G 3/30, A23L 1/22	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 95/03709 (43) Date de publication internationale: 9 février 1995 (09.02.95)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/IB94/00227 (22) Date de dépôt international: 26 juillet 1994 (26.07.94) (30) Données relatives à la priorité: 2303/93-1 30 juillet 1993 (30.07.93) CH (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): FIRMENICH S.A. [CH/CH]; Case postale 239, 1, route des Jeunes, CH-1211 Genève 8 (CH). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): VAN BEEM, Nicole [FR/CH]; Les Lavandes, Les Grands-Champs, CH-1195 Dully (CH). WUENSCHÉ, Laurent [CH/CH]; 17, chemin des Avettes, CH-1217 Meyrin (CH). (74) Mandataires: SALVADORI, Giuseppe etc.; Firmenich S.A., Case postale 239, CH-1211 Genève 8 (CH).	(81) Etats désignés: AU, BR, CA, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>	
(54) Title: FLAVOURING METHOD (54) Titre: PROCEDE D'AROMATISATION  * (57) Abstract <p>A method for enhancing the flavour release properties of menthol, carvone or eucalyptol, or of a natural or artificial flavouring composition containing same, in a product suitable for oral consumption. According to the method, an inclusion complex of menthol, carvone or eucalyptol, or a composition containing same, and <math>\beta</math>-cyclodextrin is added to said product.</p> (57) Abrégé <p>Le procédé permet d'augmenter le caractère gustatif exercé par le menthol, la carvone ou l'eucalyptol, ou par une composition aromatisante naturelle ou artificielle les contenant, dans un produit destiné à la consommation orale. Il est caractérisé en ce qu'on ajoute audit produit un complexe d'inclusion du menthol, de la carvone ou de l'eucalyptol, ou d'une composition les contenant, et de <math>\beta</math>-cyclodextrine.</p>		

COU

# UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brazil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

## Procédé d'aromatisation

### Domaine technique et art antérieur

5

L'aromatisation des gommes à mâcher pose des problèmes particuliers à l'industrie alimentaire. La nature du substrat exige en effet que l'arôme soit insoluble dans l'eau tout en étant par contre soluble dans la base ; on réduit ainsi la perte d'arôme par dissolution dans la salive lors de la mastication et on prolonge l'effet aromatisant. L'arôme doit en outre posséder  
10 une bonne stabilité thermique afin de ne pas subir une dégradation pendant le cycle de fabrication. C'est la raison pour laquelle, parmi les composés de choix couramment employés pour l'aromatisation des gommes à mâcher, figurent le menthol ainsi que la menthe poivrée ou la menthe crépue,  
15 particulièrement appréciés pour leur effet menthé et rafraîchissant, allié à une bonne stabilité. L'emploi de ces ingrédients aromatiques requiert par ailleurs des dosages qui, par comparaison avec d'autres applications courantes dans l'industrie alimentaire, peuvent paraître particulièrement élevés. En effet, des concentrations dépassant 0,1-0,2%, voire plus, ne sont guère exceptionnelles,  
20 d'où l'enjeu économique que revêt leur substitution, même partielle, d'une part, et l'amélioration de leur performance, d'autre part.

Le procédé de l'invention permet de satisfaire cette double exigence.

La présente invention a en effet pour objet un procédé pour augmenter le caractère gustatif exercé par le menthol, la carvone ou  
25 l'eucalyptol, ou par une composition aromatisante naturelle ou artificielle les contenant, dans un produit destiné à la consommation orale, lequel procédé est caractérisé en ce qu'on ajoute audit produit, préalablement aromatisé ou pas, une composition constituée par un complexe d'inclusion du menthol, de la carvone ou de l'eucalyptol, ou d'une composition aromatisante les  
30 contenant, et de  $\beta$ -cyclodextrine.

Un autre objet de l'invention consiste en une gomme à mâcher contenant un complexe d'inclusion formé par le menthol, la carvone ou l'eucalyptol, ou par une composition aromatisante naturelle ou artificielle les contenant, et la  $\beta$ -cyclodextrine.

35

Quoique l'invention ait pour objet principal un procédé pour l'aromatisation de gomme à mâcher, il peut également s'appliquer à d'autres produits de consommation orale, particulièrement les produits destinés à l'hygiène buccale et dont la libération des principes actifs s'exerce par mastication, frottement ou brossage.

L'état de la technique est particulièrement riche en exemples d'utilisation des cyclodextrines à titre d'agents d'encapsulation pour diverses substances volatiles aromatiques et, depuis leur découverte, nombreuses sont les applications rapportées dans la littérature. L'essentiel des études consacrées  
5 aux cyclodextrines font état des propriétés avantageuses de celles-ci vis-à-vis des agents actifs aromatiques, propriétés qui se traduisent par une meilleure protection contre l'oxydation, l'action de la lumière ou de la chaleur et la perte due à la volatilité ou à la sublimation de ces agents pendant le stockage.

Certaines applications particulières ont également été décrites dans  
10 la littérature brevets. La demande allemande DE-OS 2356098 décrit une préparation d'application thérapeutique à action analgésique et anti-inflammatoire constituée par un mélange de  $\beta$ -cyclodextrine, de menthol et de salicylate de méthyle.

Les brevets hongrois 24895 et 59012 décrivent des compositions pour  
15 action inhalante constituées par des complexes de  $\beta$ -cyclodextrine avec les essences d'eucalyptol ou de menthe poivrée, du camphre et du menthol.

La demande de brevet japonais 61,197509 décrit un shampoing liquide contenant du menthol et de la  $\beta$ -cyclodextrine, cette dernière étant employée pour masquer le caractère désagréable du menthol.

20 Enfin, la demande de brevet français 2666227 décrit une composition pour le traitement d'infections buccales, composition constituée par un complexe d'inclusion du menthol avec la  $\beta$ -cyclodextrine.

## 25 Exposé de l'invention

Aucune des références citées ne mentionne ni ne suggère la propriété particulière des complexes d'inclusion de la  $\beta$ -cyclodextrine avec le menthol, la carvone ou l'eucalyptol, propriété qui est à l'origine de la présente  
30 invention. Nous avons en effet découvert que ces complexes avaient la propriété de renforcer l'effet gustatif propre exercé par les principes actifs, soit menthol, carvone ou eucalyptol dans ses applications d'aromatisation de produits de consommation courante, telles les gommes à mâcher, les pâtes dentifrices ou en général les produits d'hygiène buccale. Ce phénomène était  
35 particulièrement prononcé dans des gommes à mâcher. Nous avons observé un effet analogue avec les essences naturelles contenant le menthol, telle la menthe poivrée, ainsi qu'avec la carvone ou la menthe crépue, et avec l'eucalyptol.

Les gommages à mâcher sont généralement constituées pour l'essentiel par une partie soluble à l'eau et une partie insoluble constituée par une base de gomme élastique auxquelles on ajoute un arôme.

La base insoluble est constituée par des élastomères, des résines, des graisses ou huiles, des cires, des émoulliants et des additifs inorganiques. Parmi les élastomères, qui sont présents à raison de 10 à environ 30% en poids de la gomme à mâcher, il convient de mentionner le polyisobutylène, les copolymères d'isoprène et isobutylène, ou de styrène-butadiène ainsi que les latex naturels. Les résines, présentes à environ 15 à 30% en poids sont également de nature variée tel l'acétate de polyvinyle et les résines terpéniques. A cette base, on ajoute couramment des émoulliants et ce afin d'en améliorer la mastication et le "mouth-feel". Il s'agit de glycérine, de lécithine ou de mélanges des deux constituants.

Aucun des éléments constitutifs de la base ne semble à priori devoir exercer une influence sur le phénomène observé lors de l'emploi du complexe menthol/, respectivement carvone/ ou eucalyptol/ $\beta$ -cyclodextrine, ce qui le rend d'autant plus surprenant.

Quoique des effets semblables aient été observés avec d'autres cyclodextrines,  $\alpha$ ,  $\gamma$  ou de cyclodextrines modifiées, on emploie de préférence la  $\beta$ -cyclodextrine. Il s'agit de produits commerciaux disponibles aisément sur le marché et dont des sources sont Roquette Corporation, Gurnee, Illinois (USA) et RingdeX, Paris (France).

Les complexes d'inclusion avec l'agent actif volatil aromatique, soit-il le menthol, la carvone, l'eucalyptol ou les essences les contenant, peuvent être obtenus par des méthodes de mélange fort simples. A titre d'exemple, on peut indiquer que la  $\beta$ -cyclodextrine est mélangée dans un milieu aqueux à une concentration supérieure à la limite de sa solubilité. A ce mélange, qui se présente sous forme d'une pâte, est ensuite ajoutée la quantité requise d'agent actif aromatique, le tout est ensuite malaxé et filtré. La partie solide est finalement séchée.

Une méthode alternative consiste à préparer une solution aqueuse de  $\beta$ -cyclodextrine dans un volume minimal d'eau et y ajouter l'agent actif aromatique sous forme soit de solution dans un solvant organique inerte, par exemple l'éther, soit en pur, par exemple pour l'eucalyptol. Lors de l'addition, le complexe insoluble formé se sépare par précipitation, puis il est recueilli par filtration, voire par décantation ou centrifugation, et enfin séché. Cette dernière étape de séchage peut être effectuée par l'une quelconque des méthodes courantes : séchage à l'air, giclage, atomisation ou aspiration sous

vide.

Le complexe ainsi obtenu peut être ajouté à la base constituée par le mélange des divers ingrédients de la gomme à mâcher au cours du processus de mélange, de préférence au cours de la dernière étape de fabrication. Les quantités du complexe dans le mélange peuvent varier dans une gamme de valeurs assez étendue. Généralement, des proportions de l'ordre de 0,2% à environ 6% en poids peuvent être adaptées à la plupart des applications envisagées. Dans de tels complexes, la proportion d'agent aromatique peut également varier compte tenu de sa nature et de l'effet gustatif que l'on désire obtenir. Des concentrations de 10-15% en poids sont envisagées et suffisantes pour promouvoir un effet marqué. Comme indiqué plus haut, l'effet observé par l'emploi des complexes décrits se traduit par une augmentation sensible de la fraîcheur perçue par l'observateur lors de la consommation d'un article aromatisé par de tels complexes. Si un tel phénomène est des plus apparents lors de la mastication d'une gomme, nous avons observé un effet semblable dans des applications autres que la gomme à mâcher, par exemple dans l'aromatisation de cachets comprimés ou de dentifrices. Il s'agit donc d'applications pour lesquelles le principe aromatique actif est libéré par une action de mastication ou de brossage de la matrice, constituée par un substrat solide ou semi-solide, tel celui représenté par une gomme, un gel ou une pâte dentifrice.

### Manières de réaliser l'invention

Les exemples d'application décrits ci-après illustrent l'invention de manière plus détaillée (température en degrés centigrades).

#### Exemple 1

On a préparé une base pour une gomme à mâcher en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids) :

Base Cafosa * (Dorada Plus T 205-01)	18,0
Sucre (50 µm)	61,5
Glucose 45°Bé	20,0
Glycérine 85%	0,5

Arôme  
Couleur

selon nécessité  
si requise

- 5                   \* Cafosa Gum Products Technology, Barcelone (Espagne)

Pour la fabrication de gomme à mâcher en bâtonnet, on a procédé ainsi.

- 10   On a placé la base Cafosa dans un appareil malaxeur préchauffé à 40°. A cette température, la base a été chauffée pendant 5 min sans être mélangée. Puis, le chauffage a été interrompu et la base mélangée pendant 5 min. On a ajouté le glucose et le brassage a été maintenu pendant 2 min.

- 15   Le sucre a été ensuite ajouté en trois fractions successives tout en brassant pendant 5 min après l'ajout de chaque fraction. Après l'addition de la deuxième portion de sucre, on a additionné la glycérine et l'arôme et brassé le tout pendant 30 sec ; enfin, on a additionné la dernière portion de sucre et encore maintenu l'agitation pendant 5 min.

- 20   La masse obtenue a été laminée à une épaisseur de 1,5 mm à l'aide d'un laminoir de type Rondo [Seewer AG] tandis que pendant le laminage, on a saupoudré avec un mélange de 1/3 de talc et 2/3 de sucre gélifiant.

Les bâtonnets qui en résultent sont entreposés 48 h à l'air avant dégustation, puis ils sont emballés dans du papier d'aluminium.

- 25   En procédant comme indiqué ci-dessus, on a préparé, d'une part, des bâtonnets aromatisés à l'aide de l-menthol, employé à raison de 0,2% en poids (gomme à mâcher "contrôle") et, d'autre part, des bâtonnets aromatisés avec 1,66% d'un complexe d'inclusion de l-menthol/ $\beta$ -cyclodextrine, dont le contenu en l-menthol était de 12% (gomme à mâcher "test").

- 30   L'évaluation gustative effectuée par un panel d'experts a montré que les bâtonnets "test" possédaient un caractère mentholé bien plus puissant et rafraîchissant que les bâtonnets de "contrôle".

- 35   Lorsqu'on a procédé à l'aromatisation de gomme à mâcher par addition séparée, dans des proportions identiques, de  $\beta$ -cyclodextrine et de l-menthol, l'effet aromatique observé était comparable à celui obtenu par l'addition de l-menthol uniquement.

Lorsqu'on remplace le complexe l-menthol/ $\beta$ -cyclodextrine par un complexe d'inclusion constitué par de la l-carvone/ $\beta$ -cyclodextrine, on a également observé un effet de renforcement de la note gustative de la

l-carvone. Les bâtonnets de "contrôle" ont été préparés par addition de l-carvone à la base à raison de 0,1% en poids, tandis que les bâtonnets "test" ont été aromatisés avec 0,9% du complexe l-carvone/ $\beta$ -cyclodextrine contenant 11% de l-carvone.

5 Les mêmes constatations ont été faites sur des applications sur gomme à mâcher anticariogène, dite sans sucre.

Le complexe d'inclusion l-menthol/ $\beta$ -cyclodextrine utilisé dans l'exemple décrit ci-dessus a été préparé ainsi.

10 100 g de  $\beta$ -cyclodextrine ont été dissous dans 5,4 l d'eau, puis après avoir purgé à l'azote, on a introduit une solution de 35 ml d'éther diéthylique contenant 15 g de menthol. Le mélange obtenu, sous azote, a été maintenu sous agitation pendant une nuit, puis après décantation, on a filtré le solide blanc cristallin formé. Après lavage et séchage sous vide, on a obtenu 66 g du complexe désiré, dont le contenu en l-menthol était de 12%.

15 Alternativement, ce complexe d'inclusion peut être préparé comme décrit ci-après.

330 g d'eau ont été ajoutés à 200 g de  $\beta$ -cyclodextrine et le mélange a été refroidi à 0° dans un bain de glace, puis on a malaxé le tout dans un appareil à disperser de type Ultra-Turrax, T-25 (IKA) pendant 5 min. 24,8 g de l-menthol  
20 finement broyé ont ensuite été additionnés au mélange pendant le malaxage (10 min). Après filtration, on a lavé le solide séparé avec 150 ml d'eau, puis il a été séché sous vide à 50°. Dans ce cas également, le contenu en l-menthol du complexe était d'environ 12%.

Des résultats analogues ont été obtenus lorsque le séchage s'effectue  
25 par atomisation du mélange obtenu dans l'eau.

La  $\beta$ -cyclodextrine utilisée dans les exemples décrits ci-dessus était un produit commercial de pureté égale à  $99 \pm 1\%$  et de poids moléculaire 1135 (origine : RingdeX, Paris, France).

Des effets similaires ont été observés lorsqu'on utilise au lieu de  
30  $\beta$ -cyclodextrine, une  $\beta$ -cyclodextrine partiellement méthylée (par ex. : PMCD ; origine : RingdeX) dont le taux de méthylation était de 62-78%.

### Exemple 2

35

On a préparé une base pour cachets comprimés en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids) :



	Dextrose Cerelose 02032 1)	400,0
	Dextrose Cerelose 02001	90,0
	Arôme	selon nécessité
	Acide citrique	selon nécessité
5	Talc	6,5
	Boeson VP 2)	3,0
	Stéarate de magnésium	0,5

- 10
- 
- 1) Cerestar AG, Herrligstr. 22, Zürich  
2) Boehringer AG, Ingelheim/Rh.

15 Les ingrédients indiqués ont été d'abord tamisés à travers un appareil de type Frewitt avec des pores de dimension de 12-14 mesh, puis ils ont été mélangés dans un mélangeur de type Hobart Planetary pendant 5-6 min.

20 Le produit granulé qui en résulte a été ensuite comprimé à l'aide d'un appareil excentrique de type Fette Exacta 21. Les cachets résultants ont un poids de :

- a. 900/1000 mg, pour les cachets à mâcher, avec une épaisseur de 4-5 mm, une longueur de 16 mm et une largeur de 9 mm ;
- b. 500/600 mg, pour les cachets à sucer, avec une épaisseur de 3-3,5 mm, une longueur de 16 mm et une largeur de 9 mm.

25 L'arôme utilisé est constitué par du l-menthol qui a été employé à raison de 0,1% pour la préparation de cachets de "contrôle", et par un complexe d'inclusion de l-menthol/ $\beta$ -cyclodextrine employé à raison de 0,9%, et dont le contenu en l-menthol était de 11%, pour la préparation de cachets "test".

30 Un panel d'experts, appelé à se prononcer sur les qualités gustatives des cachets ainsi aromatisés, a trouvé que les cachets "test" possédaient un caractère rafraîchissant bien plus prononcé que celui des cachets de "contrôle". Un tel effet ne se produit pas lorsque l'on ajoute séparément à la base la  $\beta$ -cyclodextrine et le l-menthol.

Exemple 3

Une base constituée par un gel dentifrice à goût neutre du commerce a été aromatisée à l'aide de :

- 5 a. l-menthol à raison de 0,2% (gel de "contrôle"), et  
b. un complexe d'inclusion  $\beta$ -cyclodextrine/l-menthol à raison de 1,66% et dont le contenu en l-menthol était de 12% (gel "test").

Le panel d'experts appelé à se prononcer sur les qualités aromatiques des gels aromatisés ainsi préparés a déclaré que le gel "test"  
10 possédait un effet rafraîchissant bien plus marqué que celui montré par le gel de "contrôle".

Exemple 4

15

Une base pour gomme à mâcher a été préparée comme indiqué à l'Exemple 1. Des échantillons de "contrôle" et de "test" ont été aromatisés à l'aide d'essence de menthe poivrée à raison de 0,5%, respectivement, d'un complexe de  $\beta$ -cyclodextrine/menthe poivrée à raison de 5% et dont le  
20 contenu en menthe poivrée était d'environ 10%.

Le panel d'experts, appelé à se prononcer sur le caractère aromatique des gommes ainsi aromatisées, a déclaré que les échantillons aromatisés au moyen du complexe  $\beta$ -cyclodextrine/menthe poivrée possédaient un caractère rafraîchissant puissant et plus marqué que celui montré par les  
25 échantillons aromatisés à l'aide de la seule menthe poivrée. Lorsqu'on a remplacé la menthe poivrée par la menthe crépue dans les mêmes proportions, on a observé un effet de renforcement du caractère gustatif propre de la menthe crépue.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour augmenter le caractère gustatif exercé par le menthol, la carvone ou l'eucalyptol, ou par une composition aromatisante naturelle ou artificielle les contenant, dans un produit destiné à la consommation orale, caractérisé en ce qu'on ajoute audit produit, préalablement aromatisé ou pas, une composition constituée par un complexe d'inclusion du menthol, de la carvone ou de l'eucalyptol, ou d'une composition aromatisante les contenant, et de  $\beta$ -cyclodextrine.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le produit de consommation est une gomme à mâcher.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le produit de consommation est un produit destiné à l'hygiène buccale.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on emploie comme composition aromatisante de la menthe poivrée ou de la menthe crépue.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le complexe d'inclusion de l-menthol/ $\beta$ -cyclodextrine a un contenu en l-menthol de 10-15% en poids par rapport au poids total dudit complexe.
6. Gomme à mâcher contenant un complexe d'inclusion formé par le menthol, la carvone ou l'eucalyptol, ou par une composition aromatisante naturelle ou artificielle les contenant, et la  $\beta$ -cyclodextrine.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/IB 94/00227

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 A23G3/30 A23L1/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A23G A23L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP,A,0 392 608 (THE PROCTER & GAMBLE COMPANY) 17 October 1990 see page 6, line 5 - line 13 see page 6, line 38 - page 6, line 54 see page 7, line 15 - line 19; example 13 ---	4,6
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 385 (C-0871) 27 September 1991 & JP,A,03 155 753 (KANEBO LTD) 3 July 1991 ---	1-6
Y	US,A,3 061 444 (W.I. ROGERS) 30 October 1962 see column 5, line 1 - line 75; examples 3,4 --- -/--	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 September 1994

Date of mailing of the international search report

23.09.94

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Lepretre, F

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/IB 94/00227

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR,A,2 666 227 (LABORATOIRES DARCY) 6 March 1992 cited in the application ---	
A	WO,A,93 00018 (WM WRIGLEY JR. COMPANY) 7 January 1993 see example -----	1,6

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/IB 94/00227

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0392608	17-10-90	US-A- 5102564	07-04-92
		US-A- 5094761	10-03-92
		AU-B- 642867	04-11-93
		AU-A- 5317490	18-10-90
		CA-A- 2013487	12-10-90
		CN-A- 1046574	31-10-90
		EP-A- 0392606	17-10-90
		JP-A- 3019978	29-01-91
		US-A- 5234610	10-08-93
		AT-T- 107351	15-07-94
		CA-A- 2013486	12-10-90
		DE-D- 69009833	21-07-94
		EP-A- 0392607	17-10-90
		JP-A- 3014679	23-01-91
		AU-B- 642866	04-11-93
		AU-A- 5317290	12-09-91
		CN-A- 1054605	18-09-91
		JP-A- 3259986	20-11-91
-----			
US-A-3061444		NONE	
-----			
FR-A-2666227	06-03-92	NONE	
-----			
WO-A-9300018	07-01-93	US-A- 5165943	24-11-92
		AU-A- 2262292	25-01-93
		CA-A- 2111474	07-01-93
		EP-A- 0590085	06-04-94
-----			

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No  
**PCT/IB 94/00227**

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 6 A23G3/30 A23L1/22

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
CIB 6 A23G A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP,A,0 392 608 (THE PROCTER & GAMBLE COMPANY) 17 Octobre 1990 voir page 6, ligne 5 - ligne 13 voir page 6, ligne 38 - page 6, ligne 54 voir page 7, ligne 15 - ligne 19; exemple 13 ---	1-4,6
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 385 (C-0871) 27 Septembre 1991 & JP,A,03 155 753 (KANEBO LTD) 3 Juillet 1991 ---	1-6
Y	US,A,3 061 444 (W.I. ROGERS) 30 Octobre 1962 voir colonne 5, ligne 1 - ligne 75; exemples 3,4 --- -/-	1-6

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

**9 Septembre 1994**

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

**23. 09. 94**

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tél. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

**Lepretre, F**

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No  
PCT/IB 94/00227

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR,A,2 666 227 (LABORATOIRES DARCY) 6 Mars 1992 cité dans la demande ---	
A	WO,A,93 00018 (WM WRIGLEY JR. COMPANY) 7 Janvier 1993 voir exemple -----	1,6



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux memores de familles de brevets

Demande nationale No  
PCT/IB 94/00227

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0392608	17-10-90	US-A- 5102564	07-04-92
		US-A- 5094761	10-03-92
		AU-B- 642867	04-11-93
		AU-A- 5317490	18-10-90
		CA-A- 2013487	12-10-90
		CN-A- 1046574	31-10-90
		EP-A- 0392606	17-10-90
		JP-A- 3019978	29-01-91
		US-A- 5234610	10-08-93
		AT-T- 107351	15-07-94
		CA-A- 2013486	12-10-90
		DE-D- 69009833	21-07-94
		EP-A- 0392607	17-10-90
		JP-A- 3014679	23-01-91
		AU-B- 642866	04-11-93
		AU-A- 5317290	12-09-91
		CN-A- 1054605	18-09-91
		JP-A- 3259986	20-11-91
-----			
US-A-3061444		AUCUN	
-----			
FR-A-2666227	06-03-92	AUCUN	
-----			
WO-A-9300018	07-01-93	US-A- 5165943	24-11-92
		AU-A- 2262292	25-01-93
		CA-A- 2111474	07-01-93
		EP-A- 0590085	06-04-94
-----			